

POLYCRYSTALLINE THIN FILM AND ITS PRODUCTION, AND OXIDE SUPERCONDUCTOR AND METHOD FOR ITS PRODUCTION

Patent Number: WO0129293
Publication date: 2001-04-26
Inventor(s): KIMURA MARIKO (JP); SAITO TAKASHI (JP); IIJIMA YASUHIRO (JP)
Applicant(s): KIMURA MARIKO (JP); SAITO TAKASHI (JP); FUJIKURA LTD (JP); IIJIMA YASUHIRO (JP); INTERNAT SUPERCONDUCTIVITY TEC (JP)
Requested Patent: JP2001114594
Application Number: WO2000JP07213 20001018
Priority Number (s): JP19990295977 19991018
IPC Classification: C30B29/22; H01B12/06
EC Classification: C30B23/02+29/22; H01L39/24J2P4
Equivalents: DE10083498T
Cited patent(s): JP11053967; JP10231122

Abstract

An oxide superconductor (22) characterized as comprising a polycrystalline substrate (A), a polycrystalline thin film (B) formed on the surface thereof to have a formed film, and an oxide superconductor layer (C) formed on the film, wherein the polycrystalline thin film (B) comprises crystal grains (20) having a crystal structure of C type of a rare earth oxide represented by an empirical formula such as Y_2O_3 or Sc_2O_3 , and the grain boundary canted angles which are formed by same crystal axes of grains (20) along a plane parallel to the surface of the polycrystalline substrate to have a formed film thereon are 30 DEG or less. The polycrystalline thin film (B) is formed by the ion beam assisting method. After the formation of the polycrystalline thin film (B), the oxide superconductor layer (C) is formed.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

PRODUCTION OF THIN FILM

Patent Number: JP10121239
Publication date: 1998-05-12
Inventor(s): IIJIMA YASUHIRO; HOSAKA MARIKO; SADAKATA NOBUYUKI;
SAITO TAKASHI
Applicant(s): FUJIKURA LTD
Requested Patent: JP10121239
Application
Number: JP19960272607 19961015
Priority Number
(s):
IPC Classification: C23C14/46; C23C14/54; C30B29/22; H01B12/06; H01B13/00
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing thin film by which the consumption of a filament in a filament type ion source is hardly consumed and the efficiency of producing thin film can be improved.

SOLUTION: As for the method for producing thin film, at the time of irradiating a target 36 with ion beams generated from a primary filament type ion source 38 provided in a film formation treating vessel 40 capable of evacuation, bearing the structural particles of the target 36 away and depositing them on a substrate 22, while ion beams generated from a secondary filament type ion source 39 are applied from the oblique direction to the film forming face of the substrate 22, they are deposited to form thin coating on the substrate 22. In this case, the value of ionization voltage (VA) to be applied to the space between each filament (cathode) and anode in the primary and secondary filament type ion sources 38 and 39 is regulated to lower than the sputtering threshold (VC) of the ions to be generated.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-121239

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月12日

(51) Int.Cl. ⁹	識別記号	F I	
C 2 3 C 14/46	Z A A	C 2 3 C 14/46	Z A A B
14/54		14/54	C
C 3 0 B 29/22	5 0 1	C 3 0 B 29/22	5 0 1 E
H 0 1 B 12/06	Z A A	H 0 1 B 12/06	Z A A
13/00	5 6 5	13/00	5 6 5 D
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号 特願平8-272607

(22) 出願日 平成8年(1996)10月15日

(71) 出願人 000005186

株式会社フジクラ

東京都江東区木場1丁目5番1号

(72) 発明者 飯島 康裕

東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会
社フジクラ内

(72) 発明者 保坂 真理子

東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会
社フジクラ内

(72) 発明者 定方 伸行

東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会
社フジクラ内

(74) 代理人 弁理士 志賀 正武

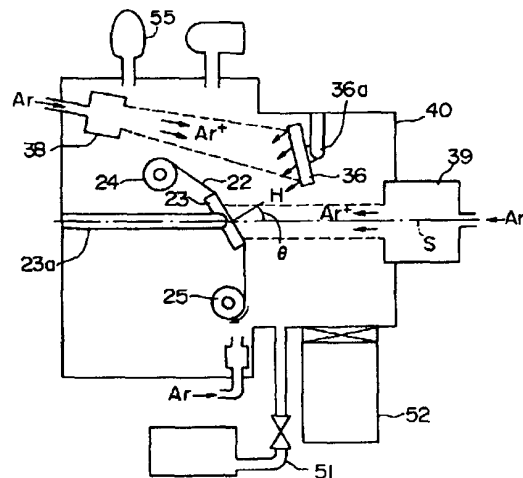
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 薄膜の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 フィラメント型イオンソース内のフィラメントが消耗されにくくし、薄膜の製造効率を向上させることができる薄膜の製造方法の提供。

【解決手段】 真空排気可能な成膜処理容器40内に設けた第一のフィラメント型イオンソース38から発生させたイオンビームをターゲット36に照射し、該ターゲット36の構成粒子を叩き出して基材22上に堆積させる際に、第二のフィラメント型イオンソース39から発生させたイオンビームを基材22の成膜面に対して斜め方向から照射しつつ堆積させ、基材22上に薄膜を形成する方法において、前記第一及び第二のフィラメント型イオンソース38、39内の各フィラメント(カソード)41とアノード42間に印加するイオン化電圧値(V_a)を、発生させるイオンのスパッタリングしきい値(V_c)以下にする薄膜の製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空排気可能な成膜処理容器内に設けたフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを薄膜原料に照射して該薄膜原料を蒸発させるか又は薄膜原料の構成粒子を叩き出して基材上に堆積させ、基材上に薄膜を形成する方法において、前記フィラメント型イオンソース内のカソードであるフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値 (V_A) を、発生させるイオンのスパッタリングしきい値 (V_C) 以下にすることを特徴とする薄膜の製造方法。

【請求項2】 薄膜原料の構成粒子を叩き出す手段がスパッタリングであることを特徴とする請求項1記載の薄膜の製造方法。

【請求項3】 真空排気可能な成膜処理容器内に設けた第一のフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを薄膜原料に照射し、該薄膜原料の構成粒子を叩き出して基材上に堆積させる際に、第二のフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを基材の成膜面に対して斜め方向から照射しつつ堆積させ、基材上に薄膜を形成する方法において、前記第一及び第二のフィラメント型イオンソース内のカソードであるフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値 (V_A) を、発生させるイオンのスパッタリングしきい値 (V_C) 以下にすることを特徴とする薄膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はフィラメント型イオンソースを用いてスパッタリング法や真空蒸着法などの物理的蒸着法 (PVD法) により基材上に薄膜を形成する方法に係わり、特に、フィラメント型イオンソース内のフィラメントが消耗されにくくし、薄膜の製造効率を向上できるようにした薄膜の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、酸化物系超電導体を製造する方法として、真空蒸着法、スパッタリング法、レーザ蒸着法、MBE法 (分子線エピタキシー法)、CVD法 (化学気相成長法)、IVD法 (イオン気相成長法) などの成膜法が知られているが、これらの各種の成膜法において、均質で超電導特性の良好な酸化物超電導薄膜を製造できる方法として、真空成膜プロセスを用い、ターゲットから発生させた粒子を対向基材上に堆積させるスパッタリング法、レーザ蒸着法などの物理蒸着法が主流となっている。

【0003】ところで、酸化物超電導薄膜を形成する基材が金属製である場合、該基材上に酸化物超電導薄膜を直接形成すると、基材自体が多結晶でその結晶構造も酸化物超電導と大きく異なるために、結晶配向性の良好な酸化物超電導薄膜が形成できないという問題があった。そこで本発明者らは、ハステロイテープなどの金属テープからなる基材の上にイットリウム安定化ジルコニ

ア (YSZ) などの多結晶薄膜を物理的蒸着法により形成し、この多結晶薄膜上に、酸化物超電導体の中でも臨界温度が約90Kであり、液体窒素 (77K) 中で用いることができる安定性に優れた $YBa_2Cu_3O_x$ 系の超電導層を形成することで超電導特性の優れた超電導体を製造する試みを種々行なっている。このような試みの中から本発明者らは先に、結晶配向性に優れた多結晶薄膜を形成するために、あるいは、超電導特性の優れた超電導テープを得るために、特願平3-126836号、特願平3-126837号、特願平3-205551号、特願平4-13443号、特願平4-293464号などにおいて特許出願を行なっている。

【0004】これらの特許出願に記載された技術によれば、真空排気可能な成膜処理容器内に設けた第一のフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを薄膜原料からなるターゲットに照射し、該ターゲットの構成粒子を叩き出してハステロイテープなどのテープ状の基材上に堆積させる際に、第二のフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを基材の成膜面に対して斜め方向から照射しつつ堆積させ、基材上に薄膜を製造する方法 (イオンビームアシストスパッタリング法) により、結晶配向性に優れた多結晶薄膜を形成することができるものである。この方法によれば、多結晶薄膜を形成する多数の結晶粒のそれぞれの結晶格子のa軸あるいはb軸で形成する粒界傾角を30度以下に揃えることができ、結晶配向性に優れた多結晶薄膜を形成することができる。そして更に、この配向性に優れた多結晶薄膜上に $YBaCuO$ 系の超電導層をレーザ蒸着法等により成膜するならば、酸化物超電導層の結晶配向性も優れたものになり、これにより臨界電流密度が高い酸化物超電導体を製造することができる。

【0005】ところで、従来の薄膜の製造方法で使用されている第一及び第二のフィラメント型イオンソースは、イオン化室内部に設けられたカソードであるタングステン製のフィラメントとアノード間に高真空中でイオン化電圧をかけて前記フィラメントから発生させた熱電子を加速し、該熱電子を蒸発源から発生したArなどの蒸発粒子と衝突させてこれら蒸発粒子の一部をイオン化し、このイオン化した粒子をグリッドで発生させた電界で制御することによりイオンビームを発生するようになっているものである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら前述のようなフィラメント型イオンソースを使用して多結晶薄膜を形成する従来の薄膜の製造方法においては、イオン化室内に設けられたフィラメントが以下の①～③の理由で徐々に細くなって消耗し最後には切れてしまうため、例えば、イオン化室内に酸素ガスがある場合にフィラメント型イオンソースを最大出力で運転すると、数時間ごとにフィラメントを交換しなければならならず、このため

フィラメント型イオンソースを長時間連続運転することができず、多結晶薄膜の製造効率が悪いという問題があった。

①前記フィラメントは熱電子を発生させるために通電加熱されて高温になるため少しずつ熱蒸発する。

②フィラメントはイオン化室内でカソードになるため、発生した Ar^+ などのイオンによって叩出されて徐々にスパッタリング蒸発する。

③イオン化室内にフィラメントをなす材料と反応する酸素ガスなどの反応ガスがある場合、フィラメントが酸化して少しずつ蒸発する。

【0007】本発明は前記課題を解決するためになされたもので、フィラメント型イオンソース内のフィラメントが消耗されにくくし、薄膜の製造効率を向上させることができる薄膜の製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】請求項1記載の発明は、真空排気可能な成膜処理容器内に設けたフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを薄膜原料に照射して該薄膜原料を蒸発させるか又は薄膜原料の構成粒子を叩き出して基材上に堆積させ、基材上に薄膜を形成する方法において、前記フィラメント型イオンソース内のカソードであるフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)を、発生させるイオンのスパッタリングしきい値(V_C)以下にすることを特徴とする薄膜の製造方法を前記課題の解決手段とした。

【0009】また、請求項2記載の発明は、薄膜原料の構成粒子を叩き出す手段がスパッタリングであることを特徴とする請求項1記載の薄膜の製造方法を前記課題の解決手段とした。

【0010】また、請求項3記載の発明は、真空排気可能な成膜処理容器内に設けた第一のフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを薄膜原料に照射し、該薄膜原料の構成粒子を叩き出して基材上に堆積させる際に、第二のフィラメント型イオンソースから発生させたイオンビームを基材の成膜面に対して斜め方向から照射しつつ堆積させ、基材上に多結晶薄膜を形成する方法において、前記第一及び第二のフィラメント型イオンソース内のカソードであるフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)を、発生させるイオンのスパッタリングしきい値(V_C)以下にすることを特徴とする多結晶薄膜の製造方法を前記課題の解決手段とした。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明の薄膜の製造方法を酸化物超電導体の製造方法においてテープ状の基材上に配向制御多結晶薄膜を形成する方法に適用した一実施形態について説明する。図1は、本発明の一実施形態の配向制御多結晶薄膜の製造方法を実施する際に用いる配

向制御多結晶薄膜の製造装置の一例を示す概略構成図である。この配向制御多結晶薄膜の製造装置は、テープ状の基材22を支持するとともに所望温度に加熱することができる基材ホルダ23と、基材ホルダ23上にテープ状の基材22を送り出すための基材送出ボビン24と、配向制御多結晶薄膜が形成されたテープ状の基材22を巻き取るための基材巻取ボビン25と、この基材ホルダ23の斜め上方に所定間隔をもって対向配置された板状のターゲット36と、このターゲット36の斜め上方においてターゲット36の下面に向けて配置された第一のフィラメント型イオンソース(スパッタ手段)38と、前記基材ホルダ23の側方に所定間隔をもって対向され、かつ、前記ターゲット36と離間して配置された第二のフィラメント型イオンソース(アシスト手段)39とが真空排気可能な成膜処理容器40内に収納された概略構成となっている。

【0012】前記基材ホルダ23は、内部に加熱ヒータを備え、基材ホルダ23の上に送り出されたテープ状の基材22を必要に応じて所望の温度に加熱できるようになっている。この基材ホルダ23はピン等により支持体23aに回動自在に取り付けられており、傾斜角度を調整できるようになっている。このような基材ホルダ23は、成膜処理容器40内の第二のフィラメント型イオンソース39から照射されるイオンビームの最適照射領域(最適蒸着領域)に配設されている。テープ状の基材22の構成材料としては、ステンレス鋼、銅、または、ハステロイなどのニッケル合金などの合金各種金属材料から適宜選択される長尺の金属テープを用いることができる。

【0013】この例の製造装置においては、前記基材送出ボビン24から基材ホルダ23上にテープ状の基材22を連続的に送り出し、前記最適照射領域で配向制御多結晶薄膜が形成された基材22を基材巻取ボビン25で巻き取ることで基材22上に連続成膜することができるようになっている。

【0014】前記ターゲット36は、目的とする配向制御多結晶薄膜を形成するためのものであり、目的の組成の配向制御多結晶薄膜と同一組成あるいは近似組成のものなどを用いる。ターゲット36として具体的には、 MgO あるいは Y_2O_3 で安定化したジルコニア(YSZ)、 MgO 、 $SrTiO_3$ などを用いるがこれに限るものではなく、形成しようとする配向制御多結晶薄膜に見合うターゲットを適宜用いれば良い。このようなターゲット36は、ピン等によりターゲット支持体36aに回動自在に取り付けられており、傾斜角度を調整できるようになっている。

【0015】前記第一のフィラメント型イオンソース(スパッタ手段)38は、図2に示すようにカソードであるフィラメント41と、アノード42と、これらフィラメント41とアノード42の近傍に配設されるグリッ

ド43とが筒状のイオン化室45内に備えられ、さらに蒸発源(図示略)から発生させたArガスなどの蒸発粒子を供給するための導入管48が前記イオン化室45に接続されることにより概略構成されてなるものである。また、フィラメント41を通電加熱して熱電子を発生させるため交流電源49が前記フィラメント41に接続されており、さらに、前記フィラメント41と前記アノード42との間にイオン化電圧を印加するための直流電源50が前記フィラメント41と前記アノード42に接続されている。この直流電源50は、前記フィラメント41と前記アノード42との間に印加するイオン化電圧値(V_A)を前記発生させるイオンのスパッタリングしきい値(V_C)に応じて変更できる可変電源を用いることが好ましい。前記フィラメント41をなす材料としては、タングステン線、アルミナ分散タングステン線などが挙げられる。

【0016】また、前記フィラメント41と交流電源49との間には、カソード電流を測定するための電流計A₁が介在されている。また、前記フィラメント41と前記アノード42との間には、イオン化電圧値(V_A)を測定するための電圧計V₁と、イオン化電流を測定するための電流計A₂が介在されている。

【0017】このような構成の第一のフィラメント型イオンソース38は、イオン化室45内部に設けられたフィラメント41とアノード42間に高真空中でイオン化電圧をかけて前記フィラメント41から発生させた熱電子を加速し、該熱電子を蒸発源から供給されたArなどの蒸発粒子と衝突させてこれら蒸発粒子の一部をイオン化し、このイオン化した粒子をグリッド43で発生させた電界で制御することによりイオン化室45の先端からイオンをビーム状に平行に照射できるようになっており、イオン化室45の先端から発生させたイオンビームをターゲット36に照射することによりターゲット36の構成粒子を基材22に向けて叩き出すことができるものである。

【0018】前記第二のフィラメント型イオンソース(アシスト手段)39は、図2に示したフィラメント型イオンソース(スパッタ手段)38と略同様の構成のものであり、図1に示すようにその中心軸線Sを基材22の成膜面に対して入射角度 θ (基材22の垂線(法線)と中心線Sとのなす角度)でもって傾斜させて対向されている。この入射角度 θ は50°~60°の範囲が好ましい。従って第二のフィラメント型イオンソース39はイオン化室45の先端から発生させたイオンビームを基材22の成膜面に対して入射角度 θ でもって照射できるように配置されている。なお、前記第二のフィラメント型イオンソース39によって基材22に照射するイオンビームは、He⁺、Ne⁺、Ar⁺、Xe⁺、Kr⁺などの希ガスのイオンビーム、あるいは、それらと酸素イオンの混合イオンビームなどで良い。

【0019】また、前記成膜処理容器40には、この容器40内を真空などの低圧状態にするためのロータリーポンプ51およびクライオポンプ52と、ガスボンベなどの雰囲気ガス供給源がそれぞれ接続されていて、成膜処理容器40の内部を真空などの低圧状態で、かつ、アルゴンガスあるいはその他の不活性ガス雰囲気または酸素を含む不活性ガス雰囲気にすることができるようになっている。また、前記成膜処理容器40は、第一のフィラメント型イオンソース38とターゲットと間と、第二のフィラメント型イオンソース39と基材22間にそれぞれ電圧をかけるための電源(図示略)が備えられている。また、前記成膜処理容器40には、第一及び第二のフィラメント型イオンソース38、39から発生するイオンビームの電流密度をそれぞれ測定するための電流計測装置(図示略)が備えられており、また、第一のフィラメント型イオンソース38とターゲット36間の電圧と、第二のフィラメント型イオンソース39と基材22間の電圧をそれぞれ測定するための電圧計測装置(図示略)が備えられている。

【0020】さらに、前記成膜処理容器40には、前記容器40内の圧力を測定するための圧力計55が備えられている。なお、この例の製造装置では基材ホルダ23をピン等により支持体23aに回転自在に取り付けることにより傾斜角度を調整できるようにしたが、第二のフィラメント型イオンソース39の支持部分に角度調整機構を取り付けて第二のフィラメント型イオンソース39の傾斜角度を調整し、イオンビームの入射角度を調整するようにしても良く、また、角度調整機構はこの例に限るものではなく、種々の構成のものを採用することができるのは勿論である。

【0021】次に前記構成の製造装置を用いてテープ状の基材22上にYSZの配向制御多結晶薄膜を形成する場合について説明する。テープ状の基材22上に配向制御多結晶薄膜を形成するには、YSZからなるターゲット36を用いるとともに、基材ホルダ23を最適照射領域に配置するとともに傾斜角度を調節して第二のフィラメント型イオンソース39から照射されるイオンビームを基材ホルダ23上に移動してきた基材22の成膜面に50°~60°の範囲の角度で照射できるようにする。また、テープ状の基材22が巻かれた基材送出ボビン24を成膜処理容器40内に配置し、基材送出ボビン24からテープ状の基材22を基材ホルダ23上に連続的に送り出し、薄膜形成後のテープ状の基材22を基材巻取ボビン25で巻き取れるようにセットする。ついで、成膜処理容器40の内部を真空引きして減圧雰囲気とする。また、基材22を負に帯電させておく。

【0022】そして、第一のフィラメント型イオンソース38と第二のフィラメント型イオンソース39を作動させる。このとき、これら第一及び第二のフィラメント型イオンソース38、39にそれぞれ備えられたフィラ

メント41とアノード42間に印加するイオン化電圧値(V_A)を、発生させる希ガスのイオンのスパッタリングしきい値(V_C)以下にする。ここでイオン化電圧値(V_A)を、発生させる希ガスのイオンのスパッタリングしきい値(V_C)以下にする理由は、フィラメント41とアノード42間に印加するイオン化電圧値(V_A)が、発生させるArイオンなどの希ガスのイオンのスパッタリングしきい値(V_C)より大きいと、フィラメント41が発生したArイオンなどの希ガスのイオンによって叩出されてスパッタリング蒸発し易く、フィラメント41の寿命を長くすることができないからである。

【0023】具体例を挙げると、第一及び第二のフィラメント型イオンソース38、39からアルゴンイオンビームを発生させる場合、アルゴンイオンのスパッタリングしきい値(V_C)は、50~60V程度であるため、イオン化電圧値(V_A)は60V以下、好ましくは40~50V程度とすることが好ましい。また、イオン化電圧値(V_A)が30V未満ではイオン化効率が悪くなり、 I_A が大きくなって逆にフィラメント寿命が短くなってしまふ。

【0024】第一のフィラメント型イオンソース38からターゲット36にイオンビームを照射すると、ターゲット36の構成粒子が叩き出されて基材22上に飛来する。そして、最適照射領域内にある基材ホルダ23上に送り出された基材22上にターゲット36から叩き出した構成粒子を堆積させると同時に第二のフィラメント型イオンソース39からArイオンなどの希ガスのイオンと酸素イオンの混合イオンビームを照射して所望の厚みの配向制御多結晶薄膜を形成し、続いて薄膜形成後のテープ状の基材22を基材巻取ボビン25に巻き取る。ここでイオン照射する際の入射角度 θ は、50~60度の範囲が好ましく、55~60度の範囲が最も好ましい。前記のような好ましい範囲の角度でイオンビーム照射するならば多結晶薄膜の結晶の(100)面が立つようになる。このような入射角度でイオンビーム照射を行ないながらスパッタ粒子の堆積を行なうことで、基材22上に形成されるYSZの配向制御多結晶薄膜の結晶軸のa軸とb軸とを配向させることができるが、これは、堆積されている途中のスパッタ粒子に対して適切な角度でイオンビーム照射されたことによるものと思われる。

【0025】前述の実施形態の配向制御多結晶薄膜の製造方法あっては、真空排気可能な成膜処理容器40内に設けた第一のフィラメント型イオンソース38から発生させたイオンビームをターゲット36に照射し、該ターゲット36の構成粒子を叩き出して基材22上に堆積させる際に、第二のフィラメント型イオンソース39から発生させたイオンビームを基材22材の成膜面に対して斜め方向から照射しつつ堆積させ、基材22上に薄膜を形成する方法において、前記第一及び第二のフィラメント型イオンソース38、39にそれぞれ備えられたフィラ

メント41とアノード42間に印加するイオン化電圧値(V_A)を、発生させる気ガスのイオンのスパッタリングしきい値(V_C)以下にすることにより、発生したArイオンなどの希ガスのイオンによってフィラメント41が叩出されてスパッタリング蒸発することに起因するフィラメント41の消耗を防止できるので、従来の配向制御多結晶薄膜の製造方法と比べてフィラメント41が消耗しにくくなり、フィラメント41の寿命が長くなる。従って、イオン化室45内に酸素ガスがある場合にフィラメント型イオンソース38、39を最大出力で運転しても従来と比べてフィラメント41の寿命が長いので、フィラメント型イオンソース38、39を長時間連続運転することができ、これによって配向制御多結晶薄膜を長時間連続的に形成することができるので、配向制御多結晶薄膜の製造効率を大幅に向上させることができる。

【0026】前述の実施形態の製造方法では、スパッタ手段およびアシスト手段の両方にフィラメント型イオンソースを用いる場合に二台のフィラメント型イオンソースのそれぞれのフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)を、発生させるイオンのスパッタリングしきい値(V_C)以下にした例について説明したが、スパッタ手段とアシスト手段のいずれか一方にフィラメント型イオンソースを用い、他方に直流放電型などの他の型のイオンソースを用いる場合には、一台のフィラメント型のイオンソースのフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)を、発生させるイオンのスパッタリングしきい値(V_C)以下にすればよい。また、前述の実施形態の製造方法では、本発明の薄膜の製造方法を酸化物超電導体の製造方法においてテープ状の基材上に配向制御多結晶薄膜を形成する方法(イオンビームアシストスパッタリング法)に適用した場合について説明したが、必ずしもこれに限られず、フィラメント型イオンソースを用いてスパッタリング法や真空蒸着法などの物理的蒸着法(PVD法)により薄膜を形成する方法にも適用することができる。

【0027】

【実施例】

(実施例1) 第一及び第二のフィラメント型イオンソースとして図2に示したような構成のフィラメント型イオンソースを備えた配向制御多結晶薄膜の製造装置を使用し、テープ状の基材が巻かれた基材送出ボビンを成膜処理容器内に配置し、基材送出ボビンからテープ状の基材を基材ホルダ上に連続的に送り出し、薄膜形成後のテープ状の基材22を基材巻取ボビンで巻き取れるようにセットした。テープ状の基材としては、幅10mm、厚さ0.1mm、長さ10cmのハステロイC276テープを使用した。また、ターゲットとしてはYSZ(安定化ジルコニア)製のものをを用いた。そして、この配向制御多結晶薄膜の製造装置の成膜処理容器内部をクライオボ

ンプおよびロータリーポンプで真空引きして 3.0×10^{-4} トルに減圧し、また、基材を負に帯電させた。

【0028】さらに、スパッタ電圧1200V、スパッタ電流240mAのアルゴンイオンと酸素イオンの混合イオンビームを第一のフィラメント型イオンソースから発生させる際、フィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)を50Vとし、一方、アシスト電圧200V、アシスト電流100mAのアルゴンイオンと酸素イオンの混合イオンビームを第二のフィラメント型イオンソースから発生させる際、フィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)を50Vとし、基材の成膜面上にYSZの粒子を堆積させると同時にイオンビームを照射して成膜処理することで厚さ0.7 μ mのYSZ配向制御多結晶薄膜を形成し、続いて薄膜形成後のテープ状の基材をスリットからカバー内に導入し、基材巻取ボビンに巻き取るようにして配向制御結晶薄膜を連続的に製造したときのフィラメントを交換するまでの時間を調べた。その結果を下記表1に示す。ここでの第二のフィラメント型イオンソースから発生させる混合イオンビームの入射角度は55度に設定した。なお、前記スパッタ電圧は第一のフィラメント型イオンソースとターゲット間の電圧であり、前記スパッタ電流は第一のフィラメント型イオンソースから発生したイオン量であり、前記アシスト電圧は第二のフィラメント型イオンソースと基材間の電圧であり、前記アシスト電流は第二のフィラメント型イオンソースから発生したイオン量である。前記イオン化電圧値(V_A)は、第一及び第二のフィラメント型イオンソースのフィラメントとアノード間にそれぞれ設けられた電圧計で測定した値である。

【0029】(実施例2) 第一及び第二のフィラメント

型イオンソースのフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)をそれぞれ60Vとした以外は実施例1と同様にして配向制御結晶薄膜を連続的に製造したときのフィラメントを交換するまでの時間を調べた。その結果を下記表1に示す。

【0030】(比較例1) 第一及び第二のフィラメント型イオンソースのフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)をそれぞれ70Vとした以外は実施例1と同様にして配向制御結晶薄膜を連続的に製造したときのフィラメントを交換するまでの時間を調べた。その結果を下記表1に示す。

(比較例2) 第一及び第二のフィラメント型イオンソースのフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)をそれぞれ80Vとした以外は実施例1と同様にして配向制御結晶薄膜を連続的に製造したときのフィラメントを交換するまでの時間を調べた。その結果を下記表1に示す。

【0031】(比較例3) 第一及び第二のフィラメント型イオンソースのフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)をそれぞれ90Vとした以外は実施例1と同様にして配向制御結晶薄膜を連続的に製造したときのフィラメントを交換するまでの時間を調べた。その結果を下記表1に示す。

(比較例4) 第一及び第二のフィラメント型イオンソースのフィラメントとアノード間に印加するイオン化電圧値(V_A)をそれぞれ100Vとした以外は実施例1と同様にして配向制御結晶薄膜を連続的に製造したときのフィラメントを交換するまでの時間を調べた。その結果を下記表1に示す。

【0032】

【表1】

	第一及び第二のフィラメント型 イオンソースのイオン化電圧値(V)	フィラメントの寿命 (時間)
実施例1	50	30
実施例2	60	20
比較例1	70	8
比較例2	80	5
比較例3	90	3
比較例4	100	2

【0033】前記表1に示した結果から明らかなようにイオン化電圧値(V_A)が70V以上になるとフィラメントの寿命は2~8時間程度と短い、イオン化電圧値(V_A)が60V以下ではフィラメントの寿命は20~30時間であり、寿命が大幅に長いことが分った。それは、アルゴンイオンのスパッタリングしきい値(V_c)は50~60V程度であるので、このスパッタリングしきい値よりイオン化電圧値が低いときは、発生したアルゴンイオンによるフィラメントのスパッタ蒸発が防止され、フィラメントの消耗が大幅に軽減され、その結果、寿命が長くなったためであると考えられる。

【0034】

【発明の効果】以上説明したように本発明の請求項1~3記載の薄膜の製造方法によれば、前述の構成としたことにより、フィラメント型イオンソースから発生したイオンによってフィラメントが叩出されてスパッタリング蒸発することに起因するフィラメントの消耗を防止できるので、従来の薄膜の製造方法と比べてフィラメントが消耗しにくくなり、フィラメントの寿命が長くなる。従って、フィラメント型イオンソースのイオン化室内に酸

素ガスがある場合にフィラメント型イオンソースを最大出力で運転しても従来と比べてフィラメントの寿命が長いので、フィラメント型イオンソースを長時間連続運転することができ、これによって薄膜を長時間連続的に形成することができるので、薄膜の製造効率を大幅に向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

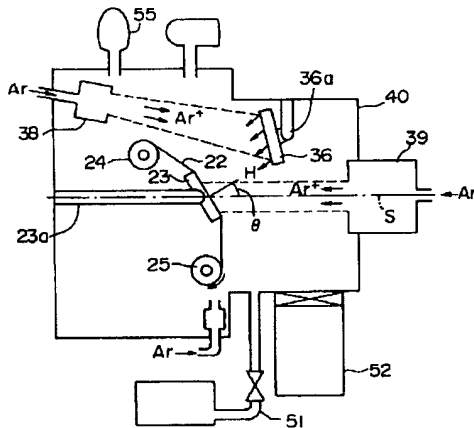
【図1】 本発明の薄膜の製造方法の一実施形態の配向制御多結晶の製造方法の実施に用いられる配向制御多結晶薄膜の製造装置を示す概略構成図である。

【図2】 図1の配向制御多結晶薄膜の製造装置に備えられるフィラメント型イオンソースを示す概略構成図である。

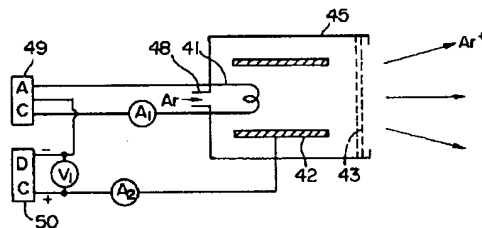
【符号の説明】

22...テープ状の基材、38...第一のフィラメント型イオンソース(スパッタ手段)、39...第二のフィラメント型イオンソース、40...成膜処理容器、41...フィラメント(カソード)、42...アノード、43...グリッド、45...イオン化室。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 齊藤 隆
東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会
社フジクラ内